



XX Reunión Bienal de la Real Sdad.

Española de Química

5. QUÍMICA INORGÁNICA

CASTELLÓN

24 - 28 Septiembre

1984



"SINTESIS Y ESTUDIO DEL HIDROXICLORURO DE NIQUEL  $\text{NiOHCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ".

A. López Delgado, S. López Andrés y O. García Martínez.

Instituto de Química Inorgánica "Elhúyar", C.S.I.C. Serrano 113. Madrid-6.

Introducción

Dentro de la línea de investigación sobre hidroxisales se ha ensayado un nuevo método de síntesis a partir de óxidos recién obtenidos. En este caso el estudio se ha centrado en hidroxicloruros de níquel dada la escasez de información bibliográfica existente. Se ha conseguido sintetizar e identificar una nueva fase que responde a la estequiometría  $\text{NiOHCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

Experimental

La síntesis del hidroxicloruro de níquel, se ha realizado mediante hidrólisis de la sal neutra con óxido de níquel, en condiciones ambientales de presión y temperatura.

TABLA I

$d_{\text{obs}} (\text{\AA})$	$I/I_0$
10.33	77
7.35	38
6.65	4
5.48	100
4.67	7
3.86	52
3.68	4
3.42	6
3.38	12
3.26	15
2.98	8
2.92	23
2.80	11
2.69	36
2.59	11
2.494	6
2.404	58
2.339	64
2.245	33
2.021	39
1.874	9

Los diagramas de rayos-X se han obtenido utilizando radiación  $K_\alpha$  de Cu ( $\lambda = 1.5405 \text{\AA}$ ) y Si del 99,99 % de pureza como patrón interno. Los espaciados de la nueva fase, así como las intensidades relativas de los mismos, se recogen en la Tabla I.

El estudio de la descomposición térmica del  $\text{NiOHCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ , mediante TG y DTG, se ha efectuado a una velocidad de  $1^\circ/\text{min.}$  en atmósfera de aire hasta  $750^\circ\text{C}$ , recogiendo los residuos para su posterior identificación en  $\text{N}_2$  y trabajando en caja seca para evitar su hidrólisis.

La descomposición transcurre en 3 etapas que pensamos se pueden formular como sigue:



Rango de T (°C)	% Δm		
	teor.	Exp.	
125-220	12.2	12.25	$2(\text{NiOHCl} \cdot \text{H}_2\text{O}) \longrightarrow 2(\text{NiOHCl} \cdot 1/8\text{H}_2\text{O}) + 7/4\text{H}_2\text{O} \uparrow$
220-320	8.8	8.75	$2(\text{NiOHCl} \cdot 1/8\text{H}_2\text{O}) \longrightarrow \frac{1}{2}\text{Ni}_2\text{O}(\text{OH})\text{Cl} + \text{NiOHCl} + \frac{1}{2}\text{ClH} \uparrow + 1/4\text{H}_2\text{O} \uparrow$
400-600	21.2	21.5	$\frac{1}{2}\text{Ni}_2\text{O}(\text{OH})\text{Cl} + \text{NiOHCl} \longrightarrow 2\text{NiO} + 3/2\text{ClH} \uparrow$

Los productos intermedios se estudiaron por rayos-X e I.R.

#### Resultados y discusión

La nueva fase obtenida se ha indexado mediante el programa X-Ray Index-2, y presenta como parámetros reticulares  $a = 7.514 \text{ Å}$ ,  $b = 12.101 \text{ Å}$ ,  $c = 10.488 \text{ Å}$  y  $\beta = 101^\circ 51'$  que corresponden a una malla monoclinica.

En el estudio realizado mediante espectrofotometría infrarroja se observa la aparición de varias bandas correspondientes a los modos vibracionales de los grupos OH, así como los del  $\text{H}_2\text{O}$ . El primer residuo de la descomposición, presenta un espectro similar al anterior; obteniéndose mediante rayos-X los espaciados de una hidroxisal con menor grado de hidratación no descrita, así mismo, en la bibliografía.

En el segundo residuo, se observa en el espectro de I.R. la desaparición de las bandas correspondientes al agua, modificándose las bandas de los grupos OH. Como producto final, se llega a la fase cúbica del NiO.

En la actualidad se está estudiando la nueva hidroxisal obtenida a  $220^\circ \text{C}$  en la descomposición térmica del  $\text{NiOHCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ .